BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

## **® Offenlegungsschrift** <sub>®</sub> DE 197 53 903 A 1

(5) Int. Cl.<sup>6</sup>: B 01 D 53/14

C 10 L 3/00



**DEUTSCHES** PATENT- UND **MARKENAMT**  (1) Aktenzeichen: ② Anmeldetag:

197 53 903.3 5. 12. 97

(43) Offenlegungstag:

24. 6.99

(7) Anmelder:

Krupp Uhde GmbH, 44141 Dortmund, DE

(74) Vertreter:

Andrejewski und Kollegen, 45127 Essen

② Erfinder:

Groß, Manfred, Dr., 46282 Dorsten, DE; Kolbe, Bärbel, Dr., 58452 Witten, DE; Menzel, Johannes, 46045 Oberhausen, DE; Pohl, Werner, 45149 Essen, DE

66 Entgegenhaltungen:

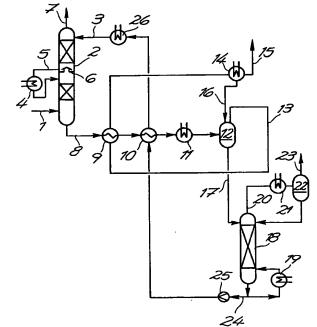
US 40 80 424 US

37 73 896

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

- (3) Verfahren zur Entfernung von CO2 und Schwefelverbindungen aus technischen Gasen, insbesondere aus Erdgas und Roh-Synthesegas
- Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung von CO2 und Schwefelverbindungen aus technischen Gasen, insbes, aus Erdgas und Roh-Synthesegas, bei dem das zu reinigende Gas durch Absorption durch Morpholinderivaten von 10 bis 150 bar von Sauergaskomponenten befreit wird und das mit den Sauergaskomponenten beladene Absorbens regeneriert sowie in den Absorber zurückgeführt wird. Erfindungsgemäß wird als Absorbens eine Mischung aus N-Formylmorpholin (NFM) und N-Acetylmorpholin (NAM) verwendet und wird das Absorbens mit einer Temperatur von -20°C bis +40°C im Absorber einge-



#### Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Entfernung von CO<sub>2</sub> und Schwefelverbindungen technischen Gasen, insbes. aus Erdgas und Roh-Synthesegas, bei dem das zu reinigende Gas durch Absorption mit Morpholinderivaten in einem Absorber bei einem Betriebsdruck von 10 bis 150 bar von Sauergaskomponenten befreit wird und das mit den Sauergaskomponenten beladene Absorbens regeneriert sowie in den Absorber zurückgeführt wird. Schwefelverbindungen meint 10 insbesondere H<sub>2</sub>S sowie in Erdgas und Roh-Synthesegas vorhandene organische Schwefelverbindungen. Zu den Sauergaskomponenten, die als störende Komponente ebenfalls aus dem technischen Gas durch Absorption entfernt werden kann, gehört auch HCN sowie Wasserdampfanteile.

Erdgas besteht zum überwiegenden Teil aus Methan, das aber von weiteren Stoffen begleitet wird, die teils ähnlicher, d. h. organischer Natur, teils völlig andersartig sind und die Eigenschaften des Erdgases entsprechend beeinflussen. Je nach Lagerstätte enthält ein Erdgas auch saure Gaskompo- 20 nenten in störender Konzentration, die vor der Weiterleitung und wirtschaftlichen Verwendung des Erdgases abgetrennt werden müssen. Was als störend gelten muß, ist bei den einzelnen Komponenten sehr unterschiedlich. CO2, das in erster Linie als Ballast anzusehen ist, der die Fernleitung un- 25 nötig verteuert und den Heizwert herabsetzt, wirkt zusammen mit Wasser korrosiv. Man toleriert CO2 oft bis etwa 2 Vol%. H<sub>2</sub>S ist hochgiftig und führt bei den im Erdgasbetrieb üblichen hohen Drücken schon in geringen Konzentrationen zu gefährlichen Korrosionen. Beispielsweise kann wasser- 30 stoff-induzierte Spannungsrißkorrosion auftreten, wodurch die Gasfernleitung bersten kann. Man kann daher im allgemeinen nur Spuren von wenigen ppm zulassen. Bei den etwas weniger gefährlichen organischen Schwefelverbindungen, die bei gleichzeitiger Anwesenheit von H<sub>2</sub>S und CO<sub>2</sub> 35 auch meistens in geringen Mengen zu finden sind, liegt die zulässige Grenze zumeist 1 bis 2 Zehnerpotenzen höher.

Aus US 3 773 896 ist die Verwendung von N-Formylmorpholin (NFM) als Absorptionsmittel für H<sub>2</sub>S und CO<sub>2</sub> bekannt. Durch thermische Regenerierung bei einer Temperatur von 80°C können 70 bis 80% der absorbierten Schwefelverbindungen und 55 bis 65% des absorbierten CO2 aus dem Absorbens abgetrennt werden. Die begrenzte Desorption der gelösten Gase aus dem beladenen Absorbens ist nachteilig, da die in Lösung bleibenden Gasanteile die Ab- 45 sorption der Gase aus dem Rohgas behindern und niedrige Restkonzentrationen im gereinigten Gas nicht ermöglichen. Ferner ist zur Abtrennung der Sauergaskomponenten ein hoher Absorptionsmittelumlauf erforderlich. Die begrenzte Desorption der gelösten Gase aus N-Formylmorpholin mag 50 Ursache dafür sein, daß die Verwendung von N-Formylmorpholin zur Absorption von CO2 und Schwefelverbindungen aus technischen Gasen keinen Eingang in die Praxis gefunden hat.

Eine große Zahl weiterer physikalischer Absorptionsmittel und chemischer Absorptionsmittel zur Abtrennung von CO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>S aus technischen Gasen, insbesondere auch aus Erdgasen, sind bekannt (A. Kohl et al; "Gaspurification", 4. Auflage, 1985; Stephen A. Newman; "Acid and Sour Gas Treating Processes", Gulf Publishing Comp., 1985). Als physikalische Absorptionsmittel werden u. a. Selexol, Propylencarbonat, Methanol u. dgl. eingesetzt. Die bekannten physikalischen Absorptionsmittel haben den Nachteil, daß ein erheblicher Anteil der Wertstoffkomponenten aus dem Gas mitabsorbiert wird. Das trifft insbes. auf Erdgase zu, bei denen Methan und höhere Kohlenwasserstoffe mit absorbiert werden. Ein Teil der im Absorbens gelösten Kohlenwasserstoffe kann zwar durch Entspannung freigesetzt und

wieder zurückgewonnen werden, indem der bei der Entspannung freigesetzte Gasstrom verdichtet und dem Rohgasstrom vor Eintritt in den Absorber wieder zugeführt wird, jedoch ist die Rückführung mit einem zusätzlichen Energieaufwand für die Verdichtung des Gasstromes verbunden und vergrößert außerdem den Volumenstrom, der dem Absorber zugeführt wird. Im Ergebnis verschlechtert sich der energetische Wirkungsgrad des Verfahrens. Zur Klasse der chemischen Absorptionsmittel gehören u. a. Ethanolamine, Alkalisalzlösungen u. dgl. Chemische Absorptionsmittel erfordern gegenüber physikalischen Absorbentien einen deutlich höheren Energiebedarf für die Regeneration, und desweiteren ist es mit chemischen Absorbentien ökonomisch nicht möglich, organische Schwefelverbindungen aus dem Rohgas zu entfernen. Schließlich sind einige der chemischen Absorptionsmittel sehr korrosiv, so daß Korrosionsinhibitoren zugesetzt werden müssen oder die Anlage aus korrosionsbeständigen Sonderwerkstoffen gefertigt werden muß.

Bei der Behandlung von Erdgasen mit hohem CO<sub>2</sub>-Gehalt, der z. B. 40 Vol% betragen kann, fallen entsprechend große Mengen an freigesetztem CO<sub>2</sub> an, das zur Vermeidung von Emissionen unter einem Druck von meist 200 bis 400 bar in Schluckbohrungen eingebracht wird. Das bei der Desorption mit einem Druck von 1 bis 2 bar anfallende Sauergas wird mittels Kompressoren auf den benötigten Kavernendruck komprimiert. Geringere Betriebs- und Investitionskosten sind möglich, wenn es gelingt, die Sauergase bei einem höheren Betriebsdruck aus dem Absorbens abzutrennen.

Im Lichte der vorstehend erläuterten Problematik liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren der eingangs beschriebenen Art anzugeben, welches eine selektive Abtrennung der Sauergaskomponenten, insbes. von CO<sub>2</sub> und Schwefelverbindungen, aus einem Kohlenwasserstoffe enthaltenden technischen Gas bei hohem Absorptionsvermögen gewährleistet.

Zur Lösung dieser Aufgabe lehrt die Erfindung, daß als Absorbens eine Mischung aus N-Formylmorpholin (NFM) und N-Acetylmorpholin (NAM) verwendet und das Absorbens mit einer Temperatur von -20°C bis +40°C im Absorber eingesetzt wird. Das Mischungsverhältnis reicht, jeweils auf 100 Massenteile bezogen, von 10 bis 90 Massenteile NFM und 90 bis 10 Massenteile NAM. Gemäß einer bevorzugten Ausführung enthält das Absorbens 30 bis 70 Massenteile NFM und 70 bis 30 Massenteile NAM, jeweils zu 100 Massenteilen ergänzt. Das Absorbens kann außerdem auch 0,1 bis 5 Massenteile H2O enthalten. Die Erfindung beruht auf der Erkenntnis, daß die erfindungsgemäße Absorbensmischung aus N-Formylmorpholin und N-Acetylmorpholin bei tiefen Temperaturen in dem angegebenen Temperaturbereich eine überraschend hohe Sauergaslöslichkeit in Verbindung mit einer besonders geringen Löslichkeit für Methan und höhere Kohlenwasserstoffe aufweist.

Aufgrund des Mischungsverhaltens von N-Formylmorpholin und N-Acetylmorpholin kann die Absorption von H<sub>2</sub>S, CO<sub>2</sub> und ggf. weiteren Sauergaskomponenten bei tiefen Temperaturen, und zwar bis zu –20°C durchgeführt werden, ohne daß das Absorbens fest wird oder eine Kristallausscheidung erfolgt. Bei den erfindungsgemäß eingesetzten tiefen Temperaturen wird eine überproportionale H<sub>2</sub>S- und CO<sub>2</sub>-Beladung in der Absorbenslösung erzielt. Das ermöglicht es, mit einem kleinen Absorbensmittelumlauf zu arbeiten, was sich hinsichtlich der Energie- und Investitionskosten vorteilhaft auswirkt. Das erfindungsgemäße Verfahren erlaubt ferner einen hohen Regenerationsgrad des Absorbens. Überraschenderweise können durch thermische Regeneration des Absorbens bei Temperaturen von weniger als

80°C in etwa 85% bis 99% des im Absorbens gelösten H<sub>2</sub>S und 70 bis 99,9% des im Absorbens gelösten CO<sub>2</sub> desorbiert werden. Eine Reinigung des Rohgases auf Restgehalte von 1 Vol-ppm H<sub>2</sub>S und 10 Vol-ppm CO<sub>2</sub> ist möglich.

Das erfindungsgemäße Verfahren eignet sich insbesondere für technische Gase mit einem hohen Sauergasanteil von 10 Mol.% bis 90 Mol.% und wird vorzugsweise zur Reinigung von Gasen mit einem CO<sub>2</sub>-Anteil von mehr als 20 Mol.% und für H<sub>2</sub>S-Anteile von mehr als 3 Mol.% eingesetzt, da hier die überproportionale Sauergaslöslichkeit bei tiefen Temperaturen vorteilhaft genutzt werden kann. Im Rahmen der Erfindung wird die Absorption in einem Temperaturbereich durchgeführt, der sich von -20°C bis +40°C erstreckt.

Vorzugsweise wird die Absorption bei Temperaturen zwischen –15 und +30°C durchgeführt. Wird eine extrem hohe Absorptionsfähigkeit verlangt, empfiehlt die Erfindung einen Temperaturbereich von –15 bis 0°C für die Absorption.

Für die Absorption eignen sich Absorber mit einer Füllkörperschüttung, einer strukturierten Packung oder Böden. 20 Zum Abführen der Absorptionswärme ist eine Zwischenkühlung des Absorbens im Absorber zweckmäßig. Zu diesem Zweck lehrt die Erfindung, daß zumindest ein flüssiger Seitenstrom auf einen Zwischenboden abgezogen, gekühlt und dem Absorber unterhalb des Zwischenbodens wieder 25 zugeführt wird.

Für die Regeneration des mit Sauergaskomponenten beladenen Absorbens bieten sich mehrere Verfahrensvarianten an. Ihre Auswahl richtet sich danach, welche Sauergaskonzentration im Reingas toleriert werden kann.

Eine Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens sieht vor, daß das mit den Sauergaskomponenten beladene Absorbens aus dem Sumpf des Absorbers abgezogen, erwärmt und einem Flashbehälter zugeführt wird, der mit erhöhtem, maximal dem Betriebsdruck des Absorbers ent- 35 sprechenden Druck betrieben wird, wobei in dem Flashbehälter ein unter dem Flashbehälterdruck stehender Sauergasstrom freigesetzt und zur Vorwärmung des aus dem Absorbersumpf abgezogenen Absorbensstromes genutzt wird. Das Absorbens wird aus dem Flashbehälter zur weiteren Regenerierung in einen mit niedrigerem Druck betriebenen, beheizten und/oder mit Strippdampf oder Strippgas beaufschlagten Desorber entspannt. Das im Desorber thermisch regenerierte Absorbens kann im Wärmetausch mit dem dem Flashbehälter zugeführten beladenen Absorbens gekühlt 45 und nach einer weiteren Rückkühlung auf die für den Absorber benötigte Betriebstemperatur dem Absorber zugeführt werden. Zur Vermeidung von Absorbensverlusten ist es zweckmäßig, die Sauergasströme, welche den Flashbehälter und den Desorber über Kopf verlassen, durch partielle Kon- 50 densation zu reinigen und das anfallende Kondensat in den Absorbenskreislauf zurückzuführen. Die beschriebene Verfahrensvariante ermöglicht es, den größten Teil des im Absorbens gelösten Sauergases bei Drücken, die in der Nähe des Absorptionsdruckes sind, freizusetzen. Dies hat Vorteile, wenn das Sauergas unter Druck durch sogenannte Schluckbohrungen in unterirdische Lagerstätten eingebracht werden soll. Ferner läßt sich bei der beschriebenen Verfahrensvariante durch die an die Entspannung im Flashbehälter anschließende Desorption mit thermischer Regenerierung 60 eine praktisch vollständige Entfernung von H2S, CO2 und organischen Schwefelkomponenten aus dem sauergashaltigen Rohgas erreichen. Eine Entfernung der beschriebenen Sauergaskomponenten bis auf wenige Vol-ppm ist möglich.

Eine andere Variante des erfindungsgemäßen Verfahrens 65 sieht vor, daß das mit den Sauergaskomponenten beladene Absorbens durch mehrstufige Entspannung in einer Anordnung aus mehreren in Reihe geschalteten Flashbehältern

von den Sauergaskomponenten befreit und gleichzeitig gekühlt wird. In weiterer Ausgestaltung lehrt die Erfindung, daß das in den Flashbehältern heruntergekühlte Absorbens durch Kühler geführt wird, in denen das im Absorber befindliche Absorbens während der Absorption zwischengekühlt und/oder das zu reinigende Gas vor Eintritt in den Absorber gekühlt wird. Die beschriebene Verfahrensvariante bietet sich vor allem dann an, wenn im Reingas höhere Gehalte an Sauergaskomponenten zulässig sind, und eignet sich, um Erdgas mit hohem CO2-Gehalt so weit aufzubereiten, daß das Erdgas eine Pipelinespezifikation, die z. B. ca. 2 Vol% CO2 zuläßt, erfüllt. Bei der Entspannung des Absorbens wird dem Absorbens Desorptionswärme für die Desorption der gelösten Gase entzogen. Dieser Effekt wird zur Abkühlung des Absorbens genutzt. Das Verfahren mit mehrstufiger Entspannung ermöglicht es, das Absorbens auf die für das erfindungsgemäße Verfahren benötigten niedrigen Temperaturen zurückzukühlen, ohne daß eine zusätzliche Kälteanlage erforderlich ist.

Im folgenden wird die Erfindung anhand von zwei lediglich Ausführungsbeispiele darstellenden Zeichnungen erläutert. Es zeigen

Fig. 1 das Anlagenschema zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens,

Fig. 2 das Anlagenschema für eine weitere Ausführung des erfindungsgemäßen Verfahrens.

Das in den Fig. 1 und 2 dargestellte Verfahren dient zur Entfernung von Sauergaskomponenten, insbesondere CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S und organischen Schwefelverbindungen, aus Kohlenwasserstoffe enthaltenen technischen Gasen, z. B. aus Erdgas. Das zu reinigende Gas 1 wird durch Absorption in einem Absorber 2 bei einem Betriebsdruck von 10 bis 150 bar von den Sauergaskomponenten befreit. Als Absorbens wird eine Mischung aus N-Formylmorpholin (NFM) und N-Acetylmorpholin (NAM) verwendet. Das Mischungsverhältnis kann zwischen 10 Massenteilen bis 90 Massenteilen NFM und 90 Massenteilen bis 10 Massenteilen NAM, jeweils auf 100 Massenteile ergänzt, variiert werden. Vorzugsweise enthält das Absorbens 30 bis 70 Massenteile NFM und 70 bis 30 Massenteile NAM, jeweils auf 100 Massenteile ergänzt. Außerdem können 0,1 bis 5 Massenteile H2O vorgesehen sein. Das Absorbens wird durch eine Leitung 3 am Kopf des Absorbers 2 zugeführt, der als Absorptionskolonne mit Füllkörperschüttung, strukturierter Packung oder mit Böden ausgebildet ist. Die Absorption wird bei einer Temperatur von -20 °C bis +40 °C durchgeführt, wobei ein Temperaturbereich von -15°C bis 30°C bevorzugt ist. Das mit den Sauergaskomponenten beladene Absorbens wird regeneriert sowie in den Absorber zurückgeführt.

Bei der in Fig. 1 dargestellten Ausführung des Verfahrens wird ein Rohgasstrom 1, der einen hohen Sauergasanteil mit z. B. 50 bis 90 Vol% CO<sub>2</sub> aufweisen kann, dem Sumpf des Absorbers 2 zugeführt. Im Gegenstrom werden die im Rohgas enthaltenen Sauergaskomponenten mittels Absorbens, welches aus einer Mischung von NFM und NAM besteht, absorbiert. Um die Absorptionswärme abzuführen, sind ein oder mehrere Zwischenkühler 4 zur Kühlung der in der Absorptionskolonne 2 ablaufenden Absorbenslösung vorgesehen. Das zu kühlende Absorbens wird als flüssiger Seitenstrom 5 auf einem Zwischenboden 6 des Absorbers 2 abgezogen, gekühlt und dem Absorber 2 unterhalb des Zwischenbodens 6 wieder zugeführt. Das gereinigte Gas 7 wird am Kopf des Absorbers 2 abgezogen. Das mit Sauergaskomponenten beladene Absorbens 8 wird aus dem Sumpf des Absorbers 2 abgezogen, in Wärmetauschern 9, 10, 11 erwärmt und einem Flashbehälter 12 zugeführt, der mit erhöhtem, maximal dem Betriebsdruck des Absorbers 2 entsprechendem Druck betrieben wird. Der im Flashbehälter 12

eingestellte Druck ist vorzugsweise nur wenig niedriger als der Betriebsdruck des Absorbers 2. Die Abtrennung der gelösten Sauergase erfolgt durch eine intensive Vorwärmung des beladenen Absorbens 8. Dadurch ist es möglich, je nach der Sauergaskonzentration im Rohgasstrom 1, den größten Teil des in dem beladenen Absorbens 8 gelösten Sauergases bei einem Druck, der dem Betriebsdruck des Absorbers 2 entspricht oder nur geringfügig kleiner ist, zu flashen. Der den Flashbehälter 12 verlassende Sauergasstrom 13 wird für die Vorwärmung des beladenen Absorbensstromes 8 mittels 10 des Wärmetauschers 9 genutzt, in einem Kühler 14 vor einer etwaigen Kompression auf einen zum Einbringen in Schluckbohrungen erforderlichen Druck von 200 bis 400 bar abgekühlt und als Sauergasstrom 15 abgegeben. Das im Sauergasstrom 15 dampfförmig vorhandene Lö- 15 sungsmittel wird auskondensiert und als Kondensatstrom 16 in den Absorbenskreislauf zurückgeführt. Das mit Sauergaskomponenten restbeladene Absorbens 17 wird zur weiteren Regenerierung auf einen niedrigeren Druck in einen Desorber 18 entspannt, wobei der restliche Teil der Sauergase frei- 20 gesetzt wird.

Für die Desorption wird zweckmäßig eine Kolonne 18 verwendet, die mit einer Füllkörperschüttung, einer strukturierten Packung oder mit Böden ausgestattet ist. In einem Reboiler 19 wird indirekt mittels Dampf oder einem anderen geeigneten Wärmeträger erreicht, daß das Absorbens thermisch regeneriert wird. Die über Kopf der Desorptionskolonne 18 abgezogene sauergasreiche Dampfphase 20 wird im Kondensator 21 gekühlt. In einem Separator 22 werden Dampf und Flüssigphase getrennt, wobei die Flüssigphase wieder zum Kopf der Desorptionskolonne 18 zurückgeführt wird und der Sauergasstrom 23 zur weiteren Verarbeitung oder zum Einbringen in Schluckbohrungen zur Verfügung steht.

Die von den gelösten Sauergaskomponenten nahezu vollständig regenerierte Absorbenslösung 24 wird am Sumpf der Desorptionskolonne 18 abgezogen und mit einer Kreislaufpumpe 25 zur Absorptionskolonne 2 zurückgefördert. Die Wärme der heißen regenerierten Lösung 24 wird durch einen Wärmetauscher 10 an den beladenen Absorptionsstrom 8 übertragen. Vor Eintritt in den Absorber 2 wird das Absorbens 24 mittels eines Kühlers 26 auf die vorgesehene Absorptionstemperatur von -20°C bis +40°C gebracht, so daß das Absorbens regeneriert und gekühlt für eine erneute Entfernung der Sauergaskomponenten im Absorber 2 zur 45 Verfügung steht.

Bei der in Fig. 2 dargestellten Ausführung des erfindungsgemäßen Verfahrens wird das mit den Sauergaskomponenten beladene Absorbens 8, welches aus dem Sumpf des Absorbers 2 abgezogen wird, durch mehrstufige Ent- 50 spannung in eine Anordnung aus mehreren in Reihe geschalteten Flashbehältern 12a, 12b, 12c von den Sauergaskomponenten befreit und gleichzeitig gekühlt. Das beladene Absorbens 8 wird zunächst in einen Flashbehälter 12a geführt, dessen Betriebsdruck so ausgelegt ist, daß bei der Ent- 55 spannung des beladenen Absorbens in diesem Flashbehälter 12a eine hauptsächlich Kohlenwasserstoffe enthaltende Gasphase 27 anfällt, die mittels eines Verdichters 28 auf den Betriebsdruck des Absorbers 2 verdichtet und nach einer Kühlung im Wärmetauscher 29 in den Absorber 2 zurückge- 60 führt wird. Der Entspannungsdruck des zweiten Flashbehälters 12b ist so gewählt, daß eine starke Abkühlung des aus dem Flashbehälter 12b abgezogenen Absorbens 30 erfolgt. Das aus dem Flashbehälter 12b abgezogene Absorbens 30 wird zur Zwischenkühlung der im Absorber 2 befindlichen 65 Absorbenslösung verwendet. Der Wärmeaustausch erfolgt in einem Zwischenkühler 31 analog, wie dies in Fig. 1 dargestellt ist. Das den oder die Zwischenkühler 31 verlassende

5

vorgewärmte und teilbeladene Absorbens 32 kann anschließend zur Vorkühlung des Rohgases 1 mittels eines Vorkühlers 33 genutzt werden. Schließlich wird das teilbeladene Absorbens 32 vor Eintritt in den Absorber 2 in einem weiteren Flashbehälter 12c entspannt, wobei sich das Absorbens auf die für die Absorption erforderliche Betriebstemperatur abkühlt und von den noch gelösten Sauergaskomponenten befreit wird, die über Kopf des Flashbehälters als Sauergasstrom 34 abgezogen werden. Das den Flashbehälter 12c verlassende regenerierte und abgekühlte Absorbens wird wieder über die Leitung 3 am Kopf der Absorptionskolonne 2 aufgegeben, wo es erneut für die Entfernung der Sauergaskomponenten aus dem Rohgas 1 zur Verfügung steht.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Entfernung von CO<sub>2</sub> und Schwefelverbindungen aus technischen Gasen, insbes. aus Erdgas und Roh-Synthesegas, bei dem

das zu reinigende Gas durch Absorption mit Morpholinderivaten in einem Absorber bei einem Betriebsdruck von 10 bis 150 bar von Sauergaskomponenten befreit wird und

das mit den Sauergaskomponenten beladene Absorbens regeneriert sowie in den Absorber zurückgeführt wird,

dadurch gekennzeichnet, daß als Absorbens eine Mischung aus N-Formylmorpholin (NFM) und N-Acetylmorpholin (NAM) verwendet und das Absorbens mit einer Temperatur von –20 °C bis +40 °C im Absorber eingesetzt wird.

- 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Absorbens 30 bis 70 Massenteile N-Formylmorpholin und 70 bis 30 Massenteile N-Acetylmorpholin, jeweils auf 100 Massenteile bezogen, enthält
- 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Absorbens außerdem 0,1 bis 5 Massenteile H<sub>2</sub>O enthält.
- 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Absorbens mit einer Temperatur von -15 bis +30°C zur Absorption eingestatt wird.
- 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß aus dem mit einer Füllkörperschüttung, einer strukturierten Packung oder Böden ausgerüsteten Absorber zumindest ein flüssiger Seitenstrom auf einem Zwischenboden abgezogen, gekühlt und dem Absorber unterhalb des Zwischenbodens wieder zugeführt wird.
- 6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das mit den Sauergaskomponenten beladene Absorbens aus dem Sumpf des Absorbers abgezogen, erwärmt und einem Flashbehälter zugeführt wird, der mit erhöhtem, maximal dem Betriebsdruck des Absorbers entsprechendem Druck betrieben wird, wobei in dem Flashbehälter ein unter dem Flashbehälterdruck stehender Sauergasstrom freigesetzt und zur Vorwärmung des aus dem Absorbersumpf abgezogenen Absorbensstromes genutzt wird, daß das Absorbens aus dem Flashbehälter zur weiteren Regenerierung in einen mit niedrigem Druck betriebenen, beheizten und/oder mit Strippdampf oder Strippgas beaufschlagten Desorber entspannt wird.
- 7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß das im Desorber thermisch regenerierte Absorbens im Wärmetausch mit dem, dem Flashbehälter zugeführten beladenen Absorbens, gekühlt und nach ei-

8

ner weiteren Rückkühlung auf die für den Absorber benötigte Betriebstemperatur dem Absorber zugeführt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Sauergasströme, welche den Flashbehälter und den Desorber über Kopf verlassen, durch partielle Kondensation gereinigt werden und das anfallende Kondensat in den Absorbenskreislauf zurückgeführt wird.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das mit den Sauergaskomponenten beladene Absorbens durch mehrstufige Entspannung in einer Anordnung aus mehreren in Reihe geschalteten Flashbehältern von den Sauergaskomponenten befreit und gleichzeitig gekühlt wird.

10. Verfahren nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß das in den Flashbehältern heruntergekühlte Absorbens durch Kühler geführt wird, mit denen das im Absorber befindliche Absorbens während der Absorption zwischengekühlt und/oder das zu reinigende 20 Gas vor Eintritt in den Absorber gekühlt wird.

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Flashdruck mindestens eines Flashbehälters so ausgelegt wird, daß bei der Entspannung des beladenen Absorbens in diesem Flashbehälter 25 eine hauptsächlich Kohlenwasserstoffe enthaltende Gasphase anfällt, die auf den Betriebsdruck des Absorbers verdichtet und nach einer Kühlung in den Absorber zurückgeführt wird.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

35

30

40

45

50

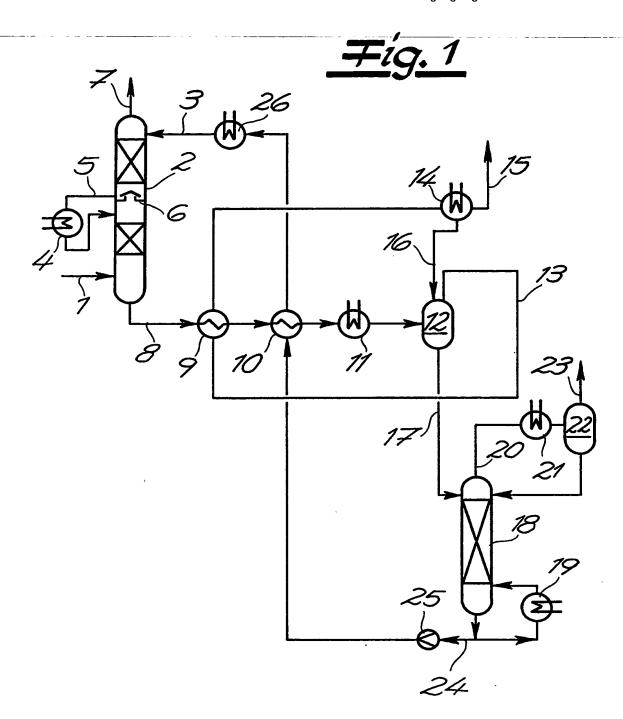
55

60

- Leerseite -

Nummer: Int. Cl.<sup>6</sup>: Offenlegungstag:

DE 197 53 903 A1 B 01 D 53/14 24. Juni 1999



Nummer: Int. Cl.<sup>6</sup>: Offenlegungstag: DE 197 53 903 A1 B 01 D 53/14 24. Juni 1999

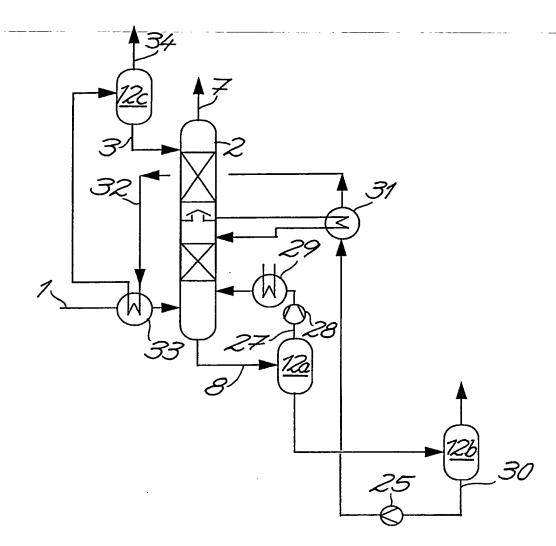


Fig. 2

# This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

| BLACK BO     | RDERS   | • |
|--------------|---|---|
| IMAGE CU     | T OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES                 |   |
| FADED TEX    | XT OR DRAWING                                 |   |
| BLURED O     | R ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING                   | • |
| SKEWED/S     | LANTED IMAGES                                 |   |
| □ COLORED    | OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS                | · |
| GRAY SCA     | LE DOCUMENTS                                  |   |
| ☐ LINES OR N | MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT                    |   |
| □ REPERENC   | E(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY | r |
| OTHER:       |   |   |

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.
As rescanning documents will not correct images problems checked, please do not report the problems to the IFW Image Problem Mailbox